

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 103 04 184.2

**Anmeldetag:** 28. Januar 2003

**Anmelder/Inhaber:** Bruker BioSpin GmbH, 76287 Rheinstetten/DE

**Bezeichnung:** Verfahren und Einrichtung zum Bestimmen des Fettgehalts

**IPC:** G 01 N 24/08

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 04. Februar 2004  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Stark

# WITTE, WELLER & PARTNER

Patentanwälte

Rotebühlstraße 121 D-70178 Stuttgart

Anmelder:

Bruker BioSpin GmbH  
Silberstreifen

28. Januar 2003  
1203P153 - VH/jr

76287 Rheinstetten-Forchheim  
Deutschland

## Verfahren und Einrichtung zum Bestimmen des Fettgehalts

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Bestimmen des Gehalts eines ersten, ein erstes NMR-Signal liefernden Bestandteils einer Probe mit einem ersten Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_1$ , wobei die Probe noch mindestens einen weiteren, ein weiteres NMR-Signal liefernden Bestandteil mit einem größeren, insbesondere wesentlich größeren Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_2$  enthält, insbesondere zum Bestimmen des Fettgehalts einer wasserhaltigen Probe, mit Hilfe eines niedrigauflösenden Kernresonanz(NMR)-Pulsspektrometers, wobei die Probe durch einen Hochfrequenz(HF)-Anregungspuls angeregt, einem magnetischen Gradientenfeld sowie einer Folge von weiteren Refokussier-HF-

Pulsen zur Erzeugung von Spin-Echo-Signalen ausgesetzt wird, wobei die Spin-Echo-Signale detektiert und ihre Amplitudenwerte bestimmt werden, aus denen ein Wert für den Gehalt des ersten Bestandteils der Probe bestimmt wird.

Die Erfindung betrifft ferner ein niedrigauflösendes NMR-Puls-Spektrometer, das insbesondere zur Durchführung dieses Verfahrens eingerichtet ist, mit einer Einrichtung zum Erzeugen von HF-Sendepulsen, einer Einrichtung zum Empfangen von NMR-Signalen, einer Einrichtung zum Erzeugen eines magnetischen Gradientenfeldes sowie einem Rechner zum Ansteuern dieser Einrichtungen.

Ein solches Verfahren und ein solches Spektrometer sind beispielsweise aus der WO 01/92908 A1 bekannt.

Die Bestimmung des Fettgehalts mit einem niedrigauflösenden NMR-Puls-Spektrometer mit einer magnetischen Feldstärke von maximal etwa 1 Tesla und mittlerer Homogenität von etwa  $10^{-5}$  über das Probenvolumen und damit einer Protonenresonanzfrequenz unter etwa 50 MHz, z.B. dem MINISPEC der Firma BRUKER, ist in Produkten mit hohem Wassergehalt wegen der Überlagerung von Wasser- und Fettsignal erschwert, da bei höherem Wassergehalt der Beitrag des Wassers den des Fetts überlagert. Die Bestimmung ist einfach nur in hochauflösenden NMR-Geräten möglich, die für diese Anwendung, z.B. in der Lebensmittelchemie, in der Regel viel zu teuer sind.

Eine Möglichkeit, auch bei niedriger Auflösung zu akzeptablen Ergebnissen zu kommen, besteht darin, die Proben vor der NMR-Messung vorzutrocknen, sei es in einem Trockenofen oder che-

misch, wie bspw. in der DE 41 33 643 C1 beschrieben. Auf den gesamten Inhalt dieser Schrift wird explizit Bezug genommen.

In der WO99/54751 A1 sowie in der eingangs genannten WO 01/92908 A1 werden NMR-Pulsverfahren beschrieben, bei denen neben der unterschiedlichen Relaxationszeiten  $T_2$  von Wasser und Fett auch der unterschiedliche Selbstdiffusionskoeffizient ausgenutzt wird, um zu einer Aussage über den reinen Fettgehalt zu kommen. Beide Druckschriften werden vollinhaltlich in den Offenbarungsgehalt der vorliegenden Anmeldung aufgenommen.

Basis dieser beiden Schriften ist die sogenannte PFGSE-Methode (pulsed field gradient spin echo; oder auch kurz: PGSE), die an sich aus Lehrbüchern bekannt ist (z.B. P.T. Callaghan): Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy, Oxford Science Publications, Clarendon Press, Oxford 1991, dort insbesondere die Seiten 162-169, 330-367, 371-417 und 478-482).

Das Kernstück des PGSE-Verfahrens ist in der Fig. 2 der WO00/54751 A1 dargestellt. Nach einem  $90^\circ$ -Anregungspuls wird ein relativ starker Magnetfeldgradient ein- und wieder abgeschaltet. Dadurch wird das zunächst über die Probe konstante Magnetfeld ortsabhängig, was abhängig vom Ort zu unterschiedlichen Präzessionsfrequenzen der Protonen in Wasser- (und auch den Fett-)Molekülen und zu einer entsprechenden Dephasierung führt. Im Gegensatz zu den Fettmolekülen bewegen sich nun die freien Wassermoleküle durch Diffusion recht schnell und verändern ihren Ort.

Ein folgender  $180^\circ$ -Puls invertiert die präzedierenden Kernmagnetisierungen. Das abermalige Einschalten des von Intensität

und Zeitdauer identischen Gradientenpulses ist damit an sich geeignet, die Dephasierung wieder vollständig zu rephasieren, d.h. die Wirkung der beiden Gradientenpulse hebt sich auf. Dies gilt auch in guter Näherung für immobile Moleküle bzw. deren Protonenmagnetisierung. Die beweglichen Wassermoleküle haben jedoch zwischen Dephasierungs- und Rephasierungsgradientenpuls ihren Ort durch Diffusion merklich verändert, so dass das folgende Spin-Echo geschwächt ist und bei hinreichend starken Gradienten gar kein Wassersignal mehr enthält. Durch den unterschiedlichen Diffusionskoeffizienten von Fettmolekülen und Wasser ergibt sich eine Unterscheidungsmöglichkeit und damit eine Möglichkeit, den Fettgehalt einer Probe zu bestimmen, auch im inhomogenen Magnetfeld.

Diese Abhängigkeit kann, wie an sich bekannt, als Funktion der Gradientenstärke und/oder der Echozeiten verfolgt und die eingehenden Parameter wie Selbstdiffusionskoeffizient und  $T_2$  bestimmt werden. Insbesondere kann man den Wasseranteil im Messsignal vollkommen unterdrücken und damit zu einer reinen Fettmessung kommen. Gerade zur Wasserunterdrückung wird PGSE seit langer Zeit in der NMR verwendet.

Die WO99/54751 A1 schlägt zusätzlich vor, an den PGSE-Schritt weitere  $180^\circ$ -Pulse anzuschließen und ohne Gradienten weitere Spin-Echos zur  $T_2$ -Bestimmung und einer entsprechenden Korrektur zu messen (dortige Fig. 4).

In der WO01/92908 A1 wird dies dahingehend modifiziert, dass zwischen allen  $180^\circ$ -Pulsen eines Spin-Echo-Zuges jeweils vor und nach dem Spin-Echo identische Gradientenpulse geschaltet werden (siehe dortige Fig. 2). Dies entspricht einem PGSE-CPMG-

Spin-Echo-Zug (siehe Seite 166 des Buchs von Callaghan). Die Amplituden der Spin-Echos zerfallen dann sowohl durch  $T_2$ , als auch durch die Selbstdiffusion. Bei hinreichend starken Gradienten enthält bereits das erste Spin-Echo kein Wassersignal mehr, und eine Rückextrapolation des Amplitudenzerfalls sollte das reine Fettsignal liefern.

Das aus der WO01/92908 A1 bekannt gewordene Verfahren gestattet es, den Fettgehalt in einer Messung nach einer einzigen Anregung aus einem Spin-Echo-Zug zu bestimmen. Sie kann daher schneller sein als vorherige Pulsverfahren zur Bestimmung des Fettgehalts in Lebensmitteln.

Allerdings enthält die Methode noch Schwachpunkte.

Sie erfordert ein präzises Gradienten-Netzgerät zum Erzeugen der entsprechenden Gradientenpulse, die zudem ihrerseits in der Apparatur Wirbelströme anwerfen, die die Messung beeinträchtigen können.

Sie erfordert weiterhin das Auswiegen der Proben, da die extrapolierte Amplitude von der Probenmenge abhängig ist.

Es besteht daher nach wie vor der Bedarf nach einem einfacheren Verfahren und einer entsprechenden Apparatur. Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein einfacheres Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Apparatur bereitzustellen.

Bezüglich des eingangs genannten Verfahrens wird die Aufgabe gelöst dadurch, dass das magnetische Gradientenfeld während der

Folge weiterer Refokussier-HF-Pulse nicht abgeschaltet wird. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass man sich von den in der Hochauflösung und dem bildgebenden Bereich sinnvollen Schemata löst und zwar einen Gradienten verwendet aber kein PFGSE-Verfahren und dass der Magnetfeldgradient während des Spin-Echo-Zugs nicht gepulst wird sondern statisch ansteht.

Zur Vermeidung der Auswiegens wird vorzugsweise mindestens ein Punkt zu einem frühen Zeitpunkt des freien Induktionszerfalls gemessen.

Bezüglich des eingangs genannten niedrigauflösenden NMR-Puls-Spektrometers wird die Aufgabe dadurch gelöst, dass der Rechner zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens programmiert ist und die Einrichtungen entsprechend konfiguriert sind.

Dadurch werden die Anforderungen an das Netzgerät reduziert und Wirbelströme fallen nicht an.

Es hat sich experimentell gezeigt, dass die erforderliche Gradientenamplitude über den Echo-Zug – die natürlich geringer sein kann als die des Pulses – gehalten werden kann, ohne dass es zu einer übermäßigen elektrischen oder thermischen Belastung des Gradientensystems kommt. Die Amplitude eines konstanten Gradienten ist aber wesentlich einfacher zu halten und zu reproduzieren als die eines gepulsten. Die Aufnahme der Spin-Echos in Anwesenheit des Gradienten stellt im Gegensatz zur hochauflösenden Spektroskopie keine Einschränkung dar, da jeweils nur die Amplitude interessiert. Ebenso können die  $180^\circ$ -Pulse und ggf. der Anregungspuls problemlos hinreichend breitbandig sein, so dass sie alle Protonenfrequenzen der durch den

Gradienten und den Probenbereich vorgegebenen Bandbreite erfassen.

In einer Ausführungsform der Erfindung wird der Gradient bereits vor dem Anregungspuls der Sequenz, i.a. einem 90°-Puls, angelegt. Dies bedeutet, dass es sich für die Pulssequenz um einen statischen Gradienten handelt.

Da es bei dem Verfahren nicht darum geht, quantitativ eine Diffusionskonstante zu bestimmen, sondern nur darum, eine Folge von abfallenden Echoamplituden zuverlässig gegen  $t = 0$  rückzuextrapolieren bzw. ein Maß für den Fettgehalt aus den Echoamplituden zu gewinnen, kommt es letztlich nur auf eine hinreichende Magnetfeldinhomogenität über das Messvolumen an, nicht auf einen räumlich exakt linearen Verlauf des Magnetfeldes. Da der Gradient, wie ausgeführt, statisch sein darf, muss nicht unbedingt ein Gradient über netzbetriebene Gradientenspulen angelegt werden, sondern es kann auch auf anderem Weg eine statische Feldinhomogenität erzeugt werden, z.B. durch zusätzliche ferro- oder permanentmagnetische Shimelemente, die am Magneten oder an einem Probenhalter angebracht sein können, oder auch durch Verschieben der Probe aus dem magnetischen Feldzentrum des Magneten heraus. Diese Maßnahme kann einmal vor einer Messreihe zur Fettbestimmung getroffen werden und anschließend kann das Gerät wieder für die üblichen Messungen im homogenen Feld eingerichtet werden. Außerdem liegt die Richtung des Gradientenfeldes nicht fest, sondern kann frei gewählt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform befindet sich die Probe im üblichen homogenen Feld und der Gradient wird erst nach dem



Anregungspuls eingeschaltet. Dies hat den Vorteil, dass zwischen dem Anregungspuls und dem Einschalten des Gradienten noch einige Messpunkte eines FIDs (free induction decay) gemessen werden können, deren Rückextrapolation zu  $t = 0$  einen Wert für das Gesamtsignal, d.h. Wasser plus Fett (plus ggf. weitere Protonensignalanteile mit kurzen Relaxationszeiten) liefert. Damit ist nicht nur die Fettbestimmung in einer Sequenz möglich sondern entweder die Fett- und Wasserbestimmung insgesamt oder je nach Probenart zumindest der Anteil des Fettsignals am Gesamtsignal.

Die Auswertung der Messung wird in der Regel anhand von abgespeicherten Werten von Kalibrierproben der gleichen Art wie die Messprobe erfolgen, wie an sich bekannt.

Typische Werte für die Messungen sind Magnetfeldstärken zwischen 0,176 T und 1,409 T entsprechend Larmor-Frequenzen der Protonen von 7,5 MHz bis 60 MHz. Die verwendete Gradientenstärke liegt üblicherweise zwischen 0,1 und 0,2 T/m, die Wiederholzeit bis zum nächsten 90°-HF-Anregungspuls bei etwa 2 s, die Echozeit bei 8 ms und die Probenmengen bei ca. 3 cm<sup>3</sup> bzw. 0,5 g. Die Anzahl der akkumulierten Scans liegt meist zwischen 8 und 16. Typische Proben sind im Lebensmittelbereich Saucen, Dressings, Fett-Wasser-Emulsionen wie Mayonnaisen, Margarinen etc., denkbar sind auch Fleisch- und Milchprodukte. In der Ölindustrie sind Gesteinsproben mit Öl- und Wasseranteilen (neuerdings auch bei Straßenbelägen, Stichwort Auffrieren) von Interesse.

Die Erfindung betrifft auch ein niedrigauflösendes NMR-Puls-Spektrometer, das zur Durchführung des erfindungsgemäßen Ver-

fahrens eingerichtet ist. Insbesondere betrifft dies die Programmierung einer der erfindungsgemäßen Varianten der Spin-Echo-Sequenz inklusive der erforderlichen Bandbreite der Pulse, die Bereitstellung der Gradienten bzw. eine Einrichtung zum Verschieben bzw. zum Positionieren der Messprobe außerhalb des Feldzentrums und ggf. die Messung und Rückextrapolation des FIDs sowie die entsprechende Auswertungssoftware im Rechner des Spektrometers.

Die Einrichtungen des Spektrometers, insbesondere die Einrichtung zum Erzeugen des Gradientenfeldes können die weiter oben beschriebenen Varianten umfassen. Bevorzugt ist die Verwendung aktiv abgeschirmter Gradientenspulen. Damit wird eine Wechselwirkung zwischen dem Gradientenfeld und dem Spektrometermagneten, insbesondere mit Polschuhen im wesentlichen eliminiert. Es kommt daher nicht mehr in dem Maße zu Erwärmung, Ummagnetisierungsvorgängen und Wirbelströmen in den Magnetstrukturen (Polschuhen), die in der Regel unkontrolliert und multi-exponentiell mit recht langen Zeitkonstanten abfallen und die Messung verfälschen können. Insbesondere, wenn das Gradientenfeld erst nach dem Anregungspuls eingeschaltet wird, ist damit auch der noch verbleibende Störeinfluss dieses Schaltvorgangs weitgehend eliminiert.

Es versteht sich, daß die vorstehend genannten und die nachstehend noch zu erläuternden Merkmale nicht nur in der jeweiligen Kombination sondern auch in anderen Kombinationen oder in Alleinstellung verwendbar sind, ohne den Rahmen der vorliegenden Erfindung zu verlassen.

Die erfindungsgemäßen Anordnungen können mit an sich bekannten Shimanordnungen kombiniert bzw. in diese integriert werden.

Die Erfindung wird anhand der Zeichnung im folgenden näher erläutert. Es zeigen:

- Fig. 1 eine Pulssequenz zur Messung des Fettgehalts über Nutzung der Diffusionsvorgänge. Der Gradient wird nach der Messung eines Teils des freien Induktionszerfalls und vor dem ersten Refokussier-Puls geschaltet.
- Fig. 2 eine Pulssequenz zur Messung des Fettgehalts, wobei anders als in Fig. 2 der Gradient schon vor den Anregungspuls geschaltet wird.
- Fig. 3 NMR-Signale entsprechend der Pulssequenz aus Fig. 3.
- Fig. 4 eine Korrelation des NMR-Amplitudenverhältnisses verschiedenartiger Wasser-Fett-Gemische mit einem Referenzfettwert.

Wesentliche Elemente des Spektrometers sind der Magnet, der mit der Möglichkeit zur Erzeugung von Gradientenfeldern ausgestattete Probenkopf, die Elektroneinheiten zur Generierung der Hochfrequenz und der Gradienten. Die Steuerung des Experiments erfolgt über einen Rechner.

In Fig. 1 sind die Abfolge der Hochfrequenzimpulse und der Zeitverlauf des Gradienten schematisch gezeigt. Der Anregungsimpuls mit Drehwinkel  $\alpha$  und die Refokussier-Pulse mit Drehwin-

kel  $b$  generieren die zu messenden Echos bzw. deren Amplituden. Bei einem konventionellen Hahn-Echoverfahren werden  $a = p/2$  bzw.  $b = p$  Pulse verwendet. Die Methode arbeitet aber auch als allgemeine Multiecho-Pulsfolge, bei der die Phasen der Pulse und die Pulslängen den jeweiligen Erfordernissen angepasst werden.

In Fig. 2 ist eine Variante des Prinzips dargestellt: Zur Vermeidung der Einschalteffekte der Gradientenpulse wird vor dem hinreichend breitbandigen Anregungspuls der Gradient eingeschaltet, so dass die Magnetisierungsevolution in einem zeitlich sich kaum ändernden Magnetfeld stattfindet und alle Echos unter gleichbleibenden Refokussierungsbedingungen gemessen werden können. Der Gradient kann auch als echt statischer Gradient dauernd anstehen.

In Fig. 3 sind Signale von Wasser und zwei Ölarten logarithmisch als Funktion der Messzeit  $t$  dargestellt, um das Prinzip der Messung zu demonstrieren. Das Wassersignal zerfällt im statischen Gradienten schnell aufgrund der größeren Diffusionskonstanten, die Ölsignale sind dagegen länger zu detektieren. Es ist auch zu sehen, dass die beiden Öle sich in Relaxation und Diffusion leicht unterscheiden. Eine Anpassung einer exponentiellen Zerfallsfunktion erlaubt die Bestimmung der Ölfraktion durch Extrapolation zu  $t = 0$ . Der erste Messpunkt entspricht dem Gesamtsignal.

In Fig. 4 ist ein exemplarisches Korrelationsdiagramm an verschiedenen Fett-Wassergemischen gezeigt, wie es aus Messungen analog zu den in Fig. 3 dargestellten gewonnen werden kann. Verwendet wurden für diese Messungen kommerziell erhältliche

Saucen, die in ihrer Struktur durch Zusätze sehr inhomogen sind. Aufgetragen ist das NMR-Amplitudenverhältnis gegen die Fett-Referenz. Diese Referenzwerte wurden durch nasschemische Verfahren ermittelt. Durch die Bildung des Verhältnisses der zu  $t = 0$  extrapolierten Echoamplitude zur Amplitude des FID ergibt sich die Möglichkeit einer Fettbestimmung ohne Kenntnis des Probengewichts. Typische Probenmengen liegen im Bereich von 0,5 bis 0,6 g, sind jedoch abhängig von der Messanordnung, speziell dem verwendeten Probenkopf, und können daher variiert werden. Größere Probenmengen erlauben vor allem bei strukturell inhomogenen Proben eine repräsentative Probennahme und damit eine verlässlichere Messung. Die Messparameter betragen in diesem Fall der Saucen: Gradientenstärke  $G = 0,1 \text{ T/m}$ , Wiederholzeit 8 s, Echozeit 8 ms, Pulslänge des  $90^\circ$ -HF-Anregungspulses  $2,5 \mu\text{s}$ , Totzeit vor Beginn der Datenerfassung  $7 \mu\text{s}$ . Die Anzahl der gemessenen Echos war 24. Es zeigt sich eine Korrelation mit der Fett-Referenz. Der Korrelationskoeffizient beträgt bei dieser Messung 0,985. Er wird bestimmt durch die Güte der Rückextrapolation sowie der Fettzusammensetzung, die die Zuverlässigkeit der Modellierung der Zerfallskurve bestimmt. Bei komplizierten Fett-Kompositionen kann daher die Auswertung dahingehend verändert werden, dass ein direktes Amplitudenverhältnis herangezogen und auf die Extrapolation verzichtet wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Bestimmen des Gehalts eines ersten, ein erstes NMR-Signal liefernden Bestandteils einer Probe mit einem ersten Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_1$ , wobei die Probe noch mindestens einen weiteren, ein weiteres NMR-Signal liefernden Bestandteil mit einem größeren Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_2$  enthält, insbesondere zum Bestimmen des Fettgehalts einer wasserhaltigen Probe, mit Hilfe eines niedrigauflösenden Kernresonanz(NMR)-Pulsspektrometers, wobei die Probe durch einen Hochfrequenz(HF)-Anregungspuls angeregt, einem magnetischen Gradientenfeld sowie einer Folge von weiteren Refokussier-HF-Pulsen zur Erzeugung von Spin-Echo-Signalen ausgesetzt wird, wobei die Spin-Echo-Signale detektiert und ihre Amplitudenwerte bestimmt werden, aus denen ein Wert für den Gehalt des ersten Bestandteils der Probe bestimmt wird,  
  
dadurch gekennzeichnet, dass  
  
das magnetische Gradientenfeld während der Folge der weiteren Refokussier-HF-Pulse nicht abgeschaltet wird.
2. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Gradientenfeld vollständig oder teilweise durch stromdurchflossene Gradientenspulen erzeugt wird.
3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Gradientenfeld vollständig oder

teilweise durch ferro- und/oder permanentmagnetische Elemente erzeugt wird.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Gradientenfeld vollständig oder teilweise dadurch erzeugt wird, dass die Probe aus dem Homogenitätsbereich des Magneten des NMR-Puls-Spektrometers verschoben wird.
5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das magnetische Gradientenfeld auch während des HF-Anregungspulses wirkt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das magnetische Gradientenfeld während des HF-Anregungspulses abgeschaltet ist.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem HF-Anregungspuls mindestens ein Messpunkt eines freien Induktionssignals (FID) der Probe gemessen wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass der mindestens eine Messpunkt in Abwesenheit des magnetischen Gradientenfelds gemessen wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass aus dem FID das ein Gesamtprotonensignal, das Wasser- und Fettanteil der Probe enthält, bestimmt wird.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gradientenstärke des magnetischen Gradientenfelds so eingestellt wird, dass zum Zeitpunkt des ersten Spin-Echos der NMR-Signalbeitrag des Wassers in der Probe durch Diffusion unter Einwirkung des Gradienten im wesentlichen unterdrückt ist.
11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Fettgehalt der Probe durch Rückextrapolation des Amplitudenabfalls der Spin-Echo-Signale bis zum Zeitpunkt der Anregung gewonnen wird.
12. Niedrigauflösendes NMR-Puls-Spektrometer mit einer Einrichtung zum Erzeugen eines Magnetfelds, einer Einrichtung zum Erzeugen von HF-Sendepulsen, einer Einrichtung zum Empfangen von NMR-Signalen, einer Einrichtung zum Erzeugen eines magnetischen Gradientenfeldes sowie einem Rechner zum Ansteuern dieser Einrichtungen, dadurch gekennzeichnet, dass der Rechner zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche programmiert ist und die Einrichtungen entsprechend konfiguriert sind.
13. Niedrigauflösendes NMR-Puls-Spektrometer nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung zum Erzeugen eines magnetischen Gradientenfeldes aktiv abgeschirmte Gradientenspulen umfasst.



### Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zum Bestimmen des Gehalts eines ersten, ein erstes NMR-Signal liefernden Bestandteils einer Probe mit einem ersten Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_1$  beschrieben, wobei die Probe noch mindestens einen weiteren, ein weiteres NMR-Signal liefernden Bestandteil mit einem größeren Selbstdiffusionskoeffizienten  $D_2$  enthält, insbesondere zum Bestimmen des Fettgehalts einer wasserhaltigen Probe, mit Hilfe eines niedrigauflösenden Kernresonanz(NMR)-Pulsspektrometers, wobei die Probe durch einen Hochfrequenz(HF)-Anregungspuls angeregt, einem magnetischen Gradientenfeld sowie einer Folge von weiteren Refokussier-HF-Pulsen zur Erzeugung von Spin-Echo-Signalen ausgesetzt wird, wobei die Spin-Echo-Signale detektiert und ihre Amplitudenwerte bestimmt werden, aus denen ein Wert für den Gehalt des ersten Bestandteils der Probe bestimmt wird. Das magnetische Gradientenfeld wird während der Folge der weiteren Refokussier-HF-Pulse nicht abgeschaltet.

Fig. 1

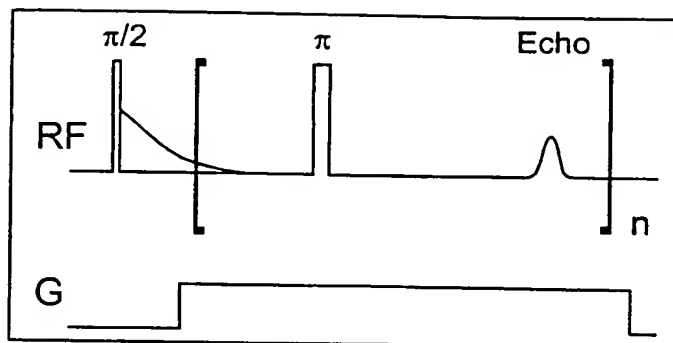


Fig. 2

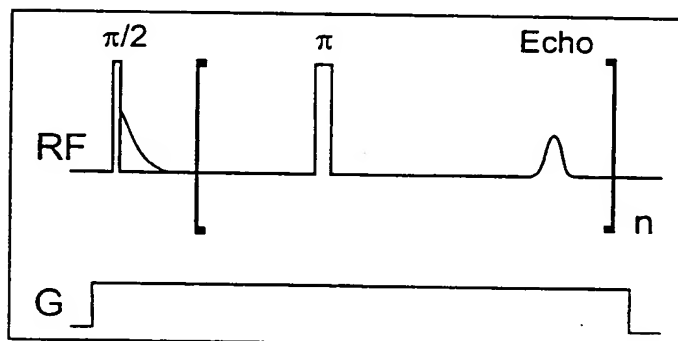


Fig. 3

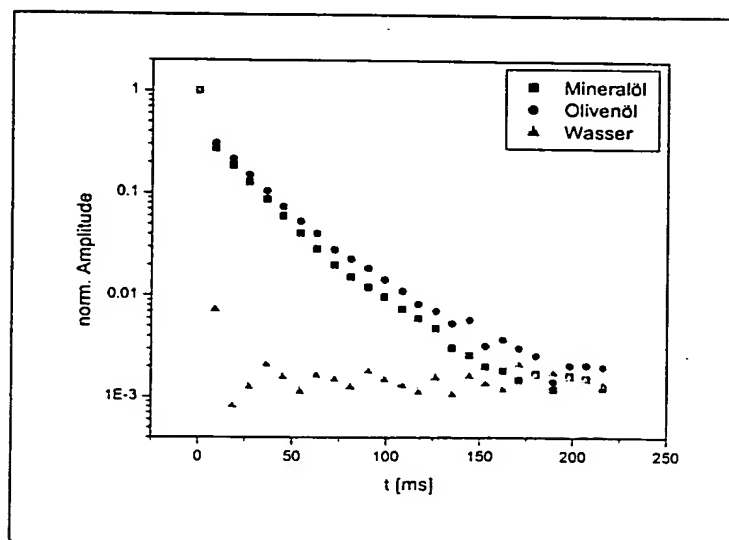


Fig. 4

